

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы **СОТНИКОВОЙ Юлии Сергеевны** на тему «Приготовление и исследование хроматографических свойств монолитных колонок для ВЭЖХ с новыми неподвижными фазами на основе гетероциклических азотсодержащих соединений», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Поиск новых сорбентов для заполнения хроматографических колонок является важным элементом развития как газовой, так и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), даже если найденные решения впоследствии не получают широкого распространения. Монолитные колонки для ВЭЖХ известны достаточно давно, но необходимость расширения их разнообразия сохраняет свою актуальность до настоящего времени. Особенно важна характеристика не единичных изделий, а совокупностей колонок с закономерными вариациями свойств сополимеров за счет варьирования соотношения мономеров. В соответствии с этой концепцией **цель диссертационной работы Ю.С. Сотниковой** состояла в разработке способов изготовления серии (28 объектов) монолитных колонок на основе тройного сополимера стирол / дивинилбензол / варьируемый полярный мономер, и возможно более детальной характеристике их хроматографических свойств. В качестве варьируемых мономеров выбраны такие азотсодержащие гетероциклические соединения как 1-винилимидазол, 4-винилпиридин, 1-винил-2-пирролидон, 1-винил-1,2,4-триазол и не содержащий азота 4-винилбензилхлорид. Получаемые с использованием последнего мономера сополимеры содержат хлорметильные группы и за счет этого допускают последующую модификацию азотсодержащими реагентами с образованием ионных пар на поверхности сорбента.

Задачи работы включали определение таких характеристик колонок как элементный анализ полимера, площадь удельной поверхности, средний диаметр пор, гидродинамическая проницаемость, эффективность, загрузочная емкость и других. Состав сополимеров, способ дополнительной модификации их поверхности и совокупность характеристик изготавливаемых колонок определяет **научную новизну** работы, а убедительно продемонстрированные области их применения для разделения соединений различной химической природы – ее **практическую значимость**. **Соответствие работы специальности 02.00.02 – Аналитическая химия** ее автор подтверждает специальным пунктом автореферата. **Выносимые на защиту положения** полностью согласованы с содержанием автореферата, **выводами** работы (пять) и **восемью публикациями** по теме работы. Апробацию работы (в автореферате приведены ссылки на материалы семи международных и Российских конференций) можно полагать достаточной.

Подтверждением достоверности результатов, выявленных закономерностей и выводов на их основании является их формулировка не для единичных монолитных колонок, а для их совокупностей, содержащих сорбенты с целенаправленно варьируемыми свойствами за счет закономерных вариаций соотношения мономеров. При таком дизайне экспериментальной работы любые аномалии или случайные выбросы характеристик выявляются путем сопоставления с данными для ближайших аналогов. В целом на основании автореферата можно заключить, что в работе представлены **новые научно-обоснованные данные**, позволяющие расширить существующие представления об областях применения монолитных колонок.

Автору можно адресовать несколько **вопросов по автореферату**. Следует сразу же отметить, что они не затрагивают основные положения диссертационной работы, а их характер – исключительно уточняющий. Возможно, что ответы на них уже содержатся в тексте диссертации.

- В тексте автореферата (в том числе в названии работы) несколько раз использовано выражение «исследование свойств монолитных колонок». Конечно же, оно встречается в литературе, но лучше было бы говорить не о свойствах, а о характеристиках монолитных колонок. Термин «свойства» более подходит химическим соединениям;

- В разделе «Степень разработанности темы исследования» (стр. 4) автор упоминает радиальные различия свойств сорбента в монолитных колонках, обусловленные температурным градиентом в процессе полимеризации. Однако при обсуждении собственных данных этот эффект не упоминается. Значим ли он для настоящей работы?

- На стр. 10 и далее упомянут полипропиленгликоль с молекулярной массой 2025. Уточнение, что это «средняя молекулярная масса» не заняло бы много места;

- Стр. 11, раздел СНН- анализ: Вместо выражения «... процентные массовые содержания основных элементов...» должно быть «... массовая доля, % ...»;

- В Табл. 1 приведены коэффициенты проницаемости нескольких колонок с различными сополимерами винилимидазола и винилпиразола. У первых при увеличении содержания винилимидазола от 10 до 40% эти коэффициенты уменьшаются от 3.02×10^{-13} до 0.71×10^{-13} , тогда как у вторых в этом же диапазоне их вариации существенно меньше. Столь необычный факт стоило бы попытаться если не объяснить, то, хотя бы, отметить;

- В разделе 3.4 (стр. 17) отмечено, что колонки ВБХ-40 были обработаны растворами 1- и 2-метилимидазолов, а также 2- и 4-метилпиридинов. Без указания растворителя упоминания растворов теряют смысл. Кроме того, при обсуждении модификации хлорметильных групп перечисленными реагентами представляет интерес сте-

пень конверсии или, иначе, соотношение числа прореагировавших и непрореагировавших групп. Есть ли такая информация в распоряжении автора?

- Фразы на стр. 18 и в подписи к Рис. 11 на стр. 20 «Пример разделения натурального коровьего молока ...» должна быть дополнена хотя бы указанием разделяемых компонентов.

- В газовой хроматографии эффективность колонок изначально было принято приводить с указанием конкретного тест-соединения и, более того, температуры определений. Однако с течением времени этим правилом начали как-то пренебрегать. Тем не менее, загрузочную емкость (см. Вывод 2) было бы желательно дополнить указанием используемых соединений, а при обсуждении селективности разделения (Вывод 4) таких соединений должно быть минимум два.

Еще раз следует отметить, что перечисленные вопросы не влияют на общее положительное впечатление от диссертационной работы.

Следовательно, на основании автореферата можно обоснованно утверждать, что по критериям актуальности, научной новизны, уровню экспериментальных решений, а также научной и практической ценности полученных результатов диссертационная работа Ю.С. Сотниковой полностью отвечает требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук (пп. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. с изменениями от 21.04.2016 г. № 335. **Соискатель – Юлия Сергеевна Сотникова – заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.**

13.01.2021

ЗЕНКЕВИЧ Игорь Георгиевич

докт. хим. наук, профессор

Профессор Института химии Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

Адрес: Университетский проспект 26, С-Петербург 198504

Тел. (служ.) (812) 428-4045, E-mail: izenkevich@yandex.ru

Специальность, по которой защищена докторская диссертация:
02.00.03 – Органическая химия

ДОКУМЕНТ
ПОДГОТОВЛЕН
ПО ЛИЧНОЙ
ИНИЦИАТИВЕ

Текст документа размещен
в открытом доступе
на сайте СПбГУ по адресу
<http://spbu.ru/science/exam/>

Зенкевич
ДЕЛА КАДРОВ №3
Ю.С. Сотникова